

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАВНОМЕРНОСТИ ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВЫХ ПОКРЫТИЙ, НАНЕСЕННЫХ  
НА ЦИРКОНИЕВЫЕ СПЛАВЫ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ**

Цяо Цзинвэнь

Научный руководитель: ассистент, Е.Б. Кашкаров

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: [qiaojingwen1017@gmail.com](mailto:qiaojingwen1017@gmail.com)

**DETERMINATION OF THICKNESS UNIFORMITY OF NICKEL COATINGS DEPOSITED ON  
ZIRCONIUM ALLOYS BY MAGNETRON SPUTTERING**

Qiaojingwen

Scientific Supervisor: assistant, E.B. Kashkarov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Avenue, 30, 634050

E-mail: [qiaojingwen1017@gmail.com](mailto:qiaojingwen1017@gmail.com)

**Abstract.** *In this paper, the results of measurements of nickel coating thickness are presented. Ni coatings were deposited onto zirconium alloy Zr-INb and Si wafers by magnetron sputtering. The thickness of Ni coatings was measured by scanning electron microscopy (SEM), ball abrasion method and the developed non-destructive XRD method.*

**Введение.** Многочисленные исследования влияния водорода на свойства циркониевых сплавов требуют подготовки экспериментальных образцов, содержащих различные концентрации водорода, причем с различным распределением водорода в объеме материала. Предварительная ионная очистка и нанесение слоя никеля на циркониевые сплавы позволяет увеличить скорость сорбции водорода. Важным этапом исследования экспериментальных образцов является определение толщины нанесенных покрытий. При этом представляет интерес разработка методов неразрушающего контроля толщины покрытий. К наиболее перспективным методам неразрушающего контроля можно отнести метод рентгеновской дифракции. Неразрушающий метод необходим для непосредственного контроля равномерности нанесения никелевых покрытий перед проведением последующих экспериментов, что невозможно при применении разрушающих методов.

**Целью** данной работы является разработка методики неразрушающего контроля равномерности толщины никелевых покрытий, нанесенных на циркониевые сплавы методом магнетронного распыления.

**Материалы и методы**

Для проведения экспериментов были использованы образцы кремния и циркониевого сплава Zr-INb размером 20×20×1 мм. Формирование никелевых покрытий осуществлялось методом магнетронного распыления при параметрах, представленных в таблице 1.

Таблица 1.

## Режим осаждения никелевых покрытий

Мощность разряда, кВт	Ток разряда, А	Давление в камере (аргон), Па	Время напыления, мин
2	3,5	0,15	5-20

Неразрушающий контроль толщины покрытий проводился методом рентгеновской дифракции в геометрии скользящего пучка, при этом толщина покрытий рассчитывалась по соотношению:

$$h = \frac{\ln(1-R) \sin \alpha \sin(2\theta - \alpha)}{\mu(\sin \alpha + \sin(2\theta - \alpha))} \quad (1)$$

где  $\alpha$  – угол падения,  $\theta$  – угол скольжения (брегговский угол),  $\mu$  – коэффициент линейного поглощения,  $R$  – доля излучения, отраженного слоем с толщиной  $h$ .

## Результаты и их обсуждение

После формирования никелевых покрытий проводилось измерение их толщины прямыми методами измерения: методом шарового истирания и методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) боковой поверхности скола покрытия. Измерения толщины покрытий проводились в пяти точках на поверхности образцов, как показано на рисунке 1а. Изображения поверхности Si и сплава Zr-1Nb с никелевым покрытием, осажденным в течение 10 минут, представлены на рисунке 1б и 1в. Толщина покрытия в данном случае составила  $(1,1 \pm 0,1)$  мкм и отличается незначительно на подложках Si и Zr-1Nb.

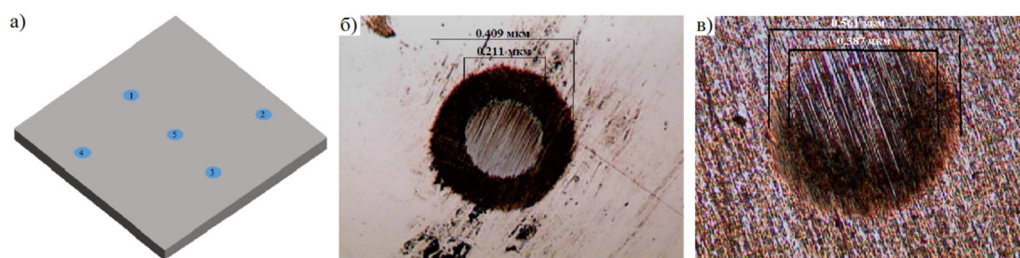


Рисунок 1. Схема измерения толщины покрытий (а) и изображения сферического шлифа на образцах Si (б) и Zr-1Nb (в) с никелевым покрытием

Измерение толщины никелевых покрытий также проводилось методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Изображения сколов образцов Si с никелевыми покрытиями, представлены на рисунке 2. Толщина никелевого покрытия изменяется незначительно ( $\pm 3\%$ ) по всей длине скола и составляет 550, 1050 и 1500 нм при 5, 10 и 15 мин. осаждения, соответственно.

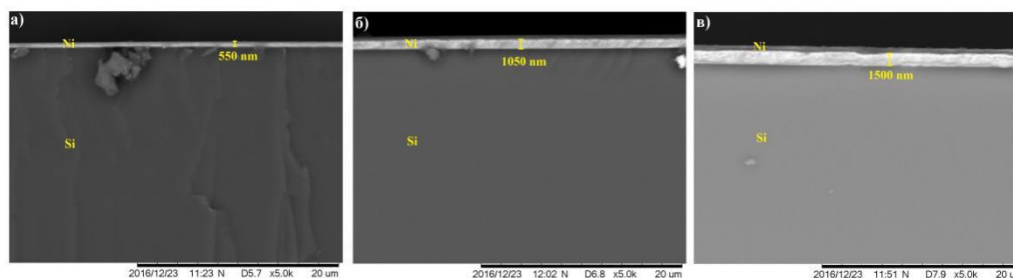


Рисунок 2. СЭМ изображения сколов покрытий Ni на подложке из кремния, нанесенных в течение 5 мин. (а), 10 мин. (б) и 15 (в) мин.

Дифрактограммы покрытия, осажденного в течение 10 мин., на кремниевой подложке в зависимости от угла падения рентгеновских лучей, представлены на рисунке 3. С уменьшением угла падения рентгеновских лучей уменьшается интенсивность рефлекса Si (подложки), причем при значении угла  $2^\circ$  данный рефлекс не наблюдается. При определении толщины никелевого покрытия по формуле (1) величина R имела значение 0,95 и величина  $\mu$  имела значение  $72 \times 10^3 \text{ мкм}^{-1}$ . Рассчитанное значение толщины покрытия составляет 1,1 мкм.

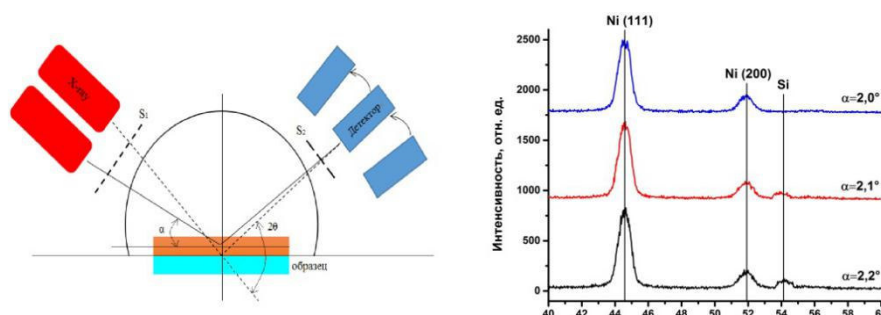


Рисунок 3. Схема измерения (а) и дифрактограммы образца Si (б) с покрытием Ni (10 мин.) при различных углах падения рентгеновских лучей

**Выводы.** Нанесены никелевые покрытия на подложки из кремния и циркониевого сплава Zr-1Nb методом магнетронного распыления. Измерена толщина никелевых покрытий методом шарового истирания, сканирующей электронной микроскопии и рентгеновским методом в геометрии скользящего пучка. Выявлена линейная зависимость толщины никелевых покрытий в зависимости от времени осаждения в диапазоне 5-20 мин. Разработана методика неразрушающего контроля равномерности толщины никелевых покрытий методом рентгеновской дифракции.